

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-151578

(43) 公開日 平成8年(1996)6月11日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 19/34		9279-4H		
C 0 7 D 263/22				
263/24				
413/10	2 1 5			

G 0 2 F 1 / 137 5 1 0

審査請求 未請求 請求項の数18 F D (全 28 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-319500

(22) 出願日 平成6年(1994)11月30日

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 滝口 隆雄

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72) 発明者 岩城 孝志

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72) 発明者 門叶 剛司

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 渡辺 徳廣

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学活性化合物、それを含有する液晶組成物、それを有する液晶素子及びそれらを用いた表示方法、液晶装置

(57) 【要約】

【目的】 スイッチング特性が良好で、低温作動特性が改善され、応答速度の温度依存性の軽減された強誘電性液晶素子を実用できるようにするために効果的な光学活性化合物、これを含む液晶組成物、及び該液晶組成物を使用する液晶素子並びにそれらを用いた表示方法及び液晶装置を提供する。

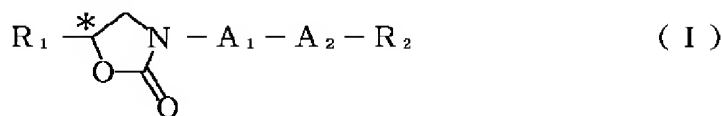
【構成】 (5R)-3-[4-(2-デシルマラン-5-イル)フェニル]-5-オクチル-2-オキサゾリジノン等の光学活性化合物、該光学活性化合物の少なくとも1種を含有する液晶組成物、及び該液晶組成物を1対の電極基板間に配置してなる液晶素子ならびにそれらを用いた表示方法および液晶装置。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(I)で示される光学活性化

合物。

【化1】



〔式中、 R_1 は炭素原子数が2から20である直鎖状、分岐状または環状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは2つ以上の $-\text{CH}_2-$ はヘテロ原子が隣接しない条件で $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CY}_1\text{Y}_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ に置き換えられていてもよい。また、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上の $-\text{CH}_3$ は $-\text{CH}_2\text{F}$ 、 $-\text{CHF}_2$ または $-\text{CN}$ に置き換えられていてもよい。 Y_1 、 Y_2 はH、F、 CH_2F 、 CHF_2 、 CF_3 、CNまたは炭素原子数が1から5である直鎖状のアルキル基を示す。 C^* は不斉炭素原子を示す。）を示す。 R_2 は炭素原子数が2から20である直鎖状、分岐状または環状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは2つ以上の $-\text{CH}_2-$ はヘテロ原子が隣接しない条件で $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ に置き換えられていてもよい。）を示す。 A_1 は無置換、1個または2個の置換基を有する1, 4-フェニレンを示し、 A_2 は A_1 、1, 4-シクロヘキシレン、1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル、1, 3-ジチアソ-2, 5-ジイル、インダン-2, 5-ジイル、2-アルキルインダン-2, 5-ジイル、クマラン-2, 5-ジイル、2-アルキルクマラン-2, 5-ジイル、ピリジン-2, 5-ジイル、チオフェン-2, 5-ジイル、2, 6-ナフチレン、チアゾール-2, 5-ジイル、チアジアゾール-2, 5-ジイル、ピラジン-2, 5-ジイル、ピリダジン-3, 6-ジイル、ベンゾチアゾール-2, 5-ジイル、ベンゾチアゾール-2, 6-ジイル、ベンゾオキサゾール-2, 5-ジイル、ベンゾオキサゾール-2, 6-ジイル、キノキサリン-2, 6-ジイルまたはキノリン-2, 6-ジイルを示す。ここで $*$ は光学活性であることを示し、1, 4-フェニレンの置換基はF、Cl、Br、 CH_3 、 CF_3 またはCNであり、2-アルキルインダン-2, 5-ジイル及び2-アルキルクマラン-2, 5-ジイルのアルキル基は炭素原子数1~18の直鎖状または分岐状のアルキル基である。〕

【請求項2】 前記一般式(I)で表わされる光学活性化化合物が下記の(Ia)~(Ic)のいずれかである請

求項1記載の光学活性化化合物。

(Ia) A_2 が1, 4-フェニレン、1個または2個の置換基を有する1, 4-フェニレン、1, 4-シクロヘキシレン、1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイルまたは1, 3-ジチアソ-2, 5-ジイルから選ばれる光学活性化化合物。

(Ib) A_2 がピリジン-2, 5-ジイル、ピラジン-2, 5-ジイル、ピリダジン-3, 6-ジイル、チオフェン-2, 5-ジイル、チアゾール-2, 5-ジイルまたはチアジアゾール-2, 5-ジイルから選ばれる光学活性化化合物。

(Ic) A_2 が2, 6-ナフチレン、キノキサリン-2, 6-ジイル、キノリン-2, 6-ジイル、インダン-2, 5-ジイル、2-アルキルインダン-2, 5-ジイル、クマラン-2, 5-ジイルまたは2-アルキルクマラン-2, 5-ジイルから選ばれる光学活性化化合物。

【請求項3】 前記一般式(I)で表わされる光学活性化化合物が下記の(Iaa)~(Ica)のいずれかである請求項1記載の光学活性化化合物。

(Iaa) A_2 が1, 4-フェニレン、1個または2個の置換基を有する1, 4-フェニレンまたは1, 4-シクロヘキシレンから選ばれる光学活性化化合物。

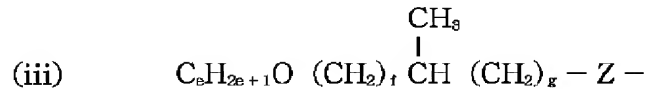
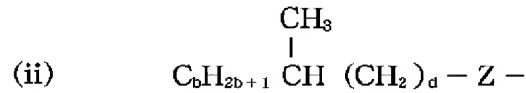
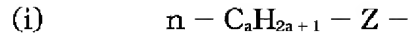
(Iba) A_2 がピリジン-2, 5-ジイル、チアゾール-2, 5-ジイルまたはチアジアゾール-2, 5-ジイルから選ばれる光学活性化化合物。

(Ica) A_2 が2, 6-ナフチレン、インダン-2, 5-ジイルまたはクマラン-2, 5-ジイルから選ばれる光学活性化化合物。

【請求項4】 前記一般式(I)で表される光学活性化化合物の R_1 が炭素原子数2~20の直鎖状あるいは分岐状のアルキル基である請求項1乃至3のいずれかの項に記載の光学活性化化合物。

【請求項5】 前記一般式(I)で表わされる光学活性化化合物の R_2 が下記の(i)~(iii)のいずれかである請求項1乃至4のいずれかの項に記載の光学活性化化合物。

【化2】



(式中、aは1から16の整数、d、gは0から7の整数、b、cは1から10の整数、fは0又は1を示す。但し、 $b+d \leq 16$ 、 $e+f+g \leq 16$ の条件を満たす。Zは単結合、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ を示す。)

【請求項6】 請求項1記載の光学活性化合物を少なくとも一種を含有することを特徴とする液晶組成物。

【請求項7】 請求項1乃至5のいずれかに記載の光学活性化合物の含有量が1～80重量%である請求項6記載の液晶組成物。

【請求項8】 請求項1乃至5のいずれかに記載の光学活性化合物の含有量が1～60重量%である請求項6記載の液晶組成物。

【請求項9】 請求項1乃至5のいずれかに記載の光学活性化合物の含有量が1～40重量%である請求項6記載の液晶組成物。

【請求項10】 前記液晶組成物がカイラルスメクチック相を有する請求項6乃至9のいずれかの項に記載の液晶組成物。

【請求項11】 請求項6乃至10のいずれかに記載の液晶組成物を一対の電極基板間に配置してなることを特徴とする液晶素子。

【請求項12】 前記電極基板上にさらに配向制御層が設けられている請求項11記載の液晶素子。

【請求項13】 前記配向制御層がラビング処理された層である請求項12記載の液晶素子。

【請求項14】 液晶分子のらせんが解除された膜厚で前記一対の電極基板を配置する請求項11乃至13のいずれかの項に記載の液晶素子。

【請求項15】 請求項6乃至10のいずれかに記載の液晶組成物を用いたことを特徴とする表示方法。

【請求項16】 請求項11乃至14のいずれかに記載の液晶素子を有することを特徴とする液晶装置。

【請求項17】 液晶素子の駆動回路を有する請求項16記載の液晶装置。

【請求項18】 光源を有する請求項16又は17記載の液晶装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、新規な光学活性化合

物、それを含有する液晶組成物およびそれを使用した液晶素子並びに表示装置に関し、さらに詳しくは電界に対する応答特性が改善された新規な液晶組成物、およびそれを使用した液晶表示素子や液晶—光シャッター等を利用される液晶素子並びに該液晶素子を使用した液晶装置、特に表示に使用した表示装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来より、液晶は電気光学素子として種々の分野で応用されている。現在実用化されている液晶素子はほとんどが、例えばエム シャット (M. Schadt) とダブリュ ヘルフリッヒ (W. Helfrich) 著“アプライド フィジックス レターズ” (“Applied Physics Letters”) Vol. 18, No. 4 (1971. 2. 15) P. 127～128の“Voltage Dependent Optical Activity of a Twisted Nematic Liquid Crystal”に示されたTN (Twisted Nematic) 型の液晶を用いたものである。

【0003】 これらは、液晶の誘電的配列効果に基づいており、液晶分子の誘電異方性のために平均分子軸方向が、加えられた電場により特定の方向に向く効果を利用している。これらの素子の光学的な応答速度の限界はミリ秒であるといわれ、多くの応用のためには遅すぎる。

【0004】 一方、大型平面ディスプレイへの応用では、価格、生産性などを考え合わせると単純マトリクス方式による駆動が最も有力である。単純マトリクス方式においては、走査電極群と信号電極群をマトリクス状に構成した電極構成が採用され、その駆動のためには、走査電極群に順次周期的にアドレス信号を選択印加し、信号電極群には所定の情報信号をアドレス信号と同期させて並列的に選択印加する時分割駆動方式が採用されている。

【0005】 しかし、この様な駆動方式の素子に前述したTN型の液晶を採用すると走査電極が選択され、信号電極が選択されない領域、或いは走査電極が選択されず、信号電極が選択される領域 (所謂“半選択点”) にも有限に電界がかかってしまう。

【0006】 選択点にかかる電圧と、半選択点にかかる電圧の差が十分に大きく、液晶分子を電界に垂直に配列

させるのに要する電圧閾値がこの中間の電圧値に設定されるならば、表示素子は正常に動作するわけであるが、走査線数(N)を増加して行なった場合、画面全体(1フレーム)を走査する間に一つの選択点に有効な電界がかかっている時間(duty比)が $1/N$ の割合で減少してしまう。

【0007】このために、くり返し走査を行なった場合の選択点と非選択点にかかる実効値としての電圧差は、走査線数が増えれば増える程小さくなり、結果的には画像コントラストの低下やクロストークが避け難い欠点となっている。

【0008】この様な現象は、双安定性を有さない液晶(電極面に対し、液晶分子が水平に配向しているのが安定状態であり、電界が有効に印加されている間のみ垂直に配向する)を時間的蓄積効果を利用して駆動する(即ち、繰返し走査する)ときに生ずる本質的には避け難い問題点である。

【0009】この点を改良する為に、電圧平均化法、2周波駆動法や、多重マトリクス法等が既に提案されているが、いずれの方法でも不充分であり、表示素子の画面化や高密度化は、走査線数が充分に増やせないことによって頭打ちになっているのが現状である。

【0010】この様な従来型の液晶素子の欠点を改善するものとして、双安定性を有する液晶素子の使用がクラーク(Clark)およびラガウェル(Lagerwall)により提案されている(特開昭56-107216号公報、米国特許第4,367,924号明細書等)。双安定性液晶としては、一般にカイラルスメクティックC相(SmC*相)又はH相(SmH*相)を有する強誘電性液晶が用いられる。

【0011】この強誘電性液晶は電界に対して第1の光学的安定状態と第2の光学的安定状態からなる双安定状態を有し、従って前述のTN型の液晶で用いられた光学変調素子とは異なり、例えば一方の電界ベクトルに対して第1の光学的安定状態に液晶が配向し、他方の電界ベクトルに対しては第2の光学的安定状態に液晶が配向されている。また、この型の液晶は、加えられる電界に応答して、上記2つの安定状態のいずれかを取り、且つ電界の印加のないときはその状態を維持する性質(双安定性)を有する。

【0012】以上の様な双安定性を有する特徴に加えて、強誘電性液晶は高速応答性であるという優れた特徴を持つ。それは強誘電性液晶の持つ自発分極と印加電場が直接作用して配向状態の転移を誘起するためであり、誘電率異方性と電場の作用による応答速度より3~4オーダー速い。

【0013】この様に強誘電性液晶はきわめて優れた特性を潜在的に有しており、このような性質を利用することにより、上述した従来のTN型素子の問題点の多くに対して、かなり本質的な改善が得られる。特に、高速光

学光シャッターや高密度、大画面ディスプレイへの応用が期待される。このため強誘電性を持つ液晶材料に関しては広く研究がなされているが、現在までに開発された強誘電性液晶材料は、低温作動特性、高速応答性、コントラスト等を含めて液晶素子に用いる十分な特性を備えているとはいえない。

【0014】応答時間 τ と自発分極の大きさPsおよび粘度 η の間には、下記の式[1]

【0015】

【数1】

$$\tau = \frac{\eta}{P_s \cdot E} \quad [1]$$

(ただし、Eは印加電界である。)の関係が存在する。

【0016】したがって、応答速度を速くするには、

(ア) 自発分極の大きさPsを大きくする

(イ) 粘度 η を小さくする

(ウ) 印加電界Eを大きくする

方法がある。

【0017】しかし印加電界は、IC等で駆動するため上限があり、出来るだけ低い方が望ましい。よって、実際には粘度 η を小さくするか、自発分極の大きさPsの値を大きくする必要がある。

【0018】一般的に自発分極の大きい強誘電性カイラルスメクチック液晶化合物においては、自発分極のもらすセルの内部電界も大きく、双安定状態をとり得る素子構成への制約が多くなる傾向にある。又、いたずらに自発分極を大きくしても、それにつれて粘度も大きくなる傾向にあり、結果的には応答速度はあまり速くならないことが考えられる。

【0019】また、実際のディスプレイとしての使用温度範囲が例えば5~40℃程度とした場合、応答速度の変化が一般に20倍程もあり、駆動電圧および周波数による調節の限界を越えているのが現状である。

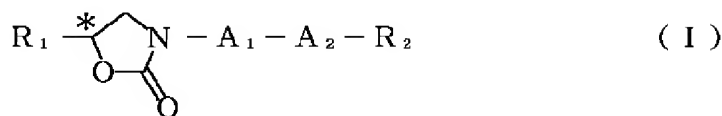
【0020】以上述べたように、強誘電性液晶素子を実用化するためには高速応答性を有し、応答速度の温度依存性が小さいカイラルスメクチック相を示す液晶組成物が要求される。さらに、ディスプレイの均一なスイッチング、良好な視角特性、低温保存性、駆動ICへの負荷の軽減などのために液晶組成物の自発分極、カイラルスメクチックCピッチ、コレステリックピッチ、液晶相をとる温度範囲、光学異方性、チルト角、誘電率異方性などを適正化する必要がある。

【0021】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、前述の強誘電性液晶素子を実用できるようにするために効果的な光学活性化合物、これを含む液晶組成物、特に強誘電性カイラルスメクティック相を示す液晶組成物、および該液晶組成物を使用する液晶素子、それらを用いた表示方法及び表示装置を提供することにある。

【0022】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記一般式
(I)



【0024】〔式中、 R_1 は炭素原子数が2から20である直鎖状、分岐状または環状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは2つ以上の $-\text{CH}_2-$ はヘテロ原子が隣接しない条件で $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{C}(\text{Y}_1)\text{Y}_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ に置き換えられていてもよい。また、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上の $-\text{CH}_3$ は $-\text{CH}_2\text{F}$ 、 $-\text{CHF}_2$ または $-\text{CN}$ に置き換えられていてもよい。 Y_1 、 Y_2 はH、F、 CH_2F 、 CHF_2 、 CF_3 、 CN または炭素原子数が1から5である直鎖状のアルキル基を示す。 * は不斉炭素原子を示す。）を示す。〕

【0025】 R_2 は炭素原子数が2から20である直鎖状、分岐状または環状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは2つ以上の $-\text{CH}_2-$ はヘテロ原子が隣接しない条件で $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ に置き換えられていてもよい。）を示す。

【0026】 A_1 は無置換、1個または2個の置換基を有する1,4-フェニレンを示し、 A_2 は A_1 、1,4-シクロヘキシレン、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、1,3-ジチアン-2,5-ジイル、インダン-2,5-ジイル、2-アルキルインダン-2,5-ジイル、クマラン-2,5-ジイル、2-アルキルクマラン-2,5-ジイル、ピリジン-2,5-ジイル、チオフェン-2,5-ジイル、2,6-ナフチレン、チアゾール-2,5-ジイル、チアジアゾール-2,5-ジイル、ピラジン-2,5-ジイル、ピリダジン-3,6-ジイル、ベンゾチアゾール-2,5-ジイル、ベンゾチアゾール-2,6-ジイル、ベンゾオキサゾール-2,5-ジイル、ベンゾオキサゾール-2,6-ジイル、キノキサリン-2,6-ジイルまたはキノリン-2,6-ジイルを示す。ここで * は光学活性であることを示し、1,4-フェニレンの置換基はF、Cl、Br、 CH_3 、 CF_3 またはCNであり、2-アルキルインダン-2,5-ジイル及び2-アルキルクマラン-2,5-ジイルのアルキル基は炭素原子数1~18の直鎖状または分岐状のアルキル基である。〕

【0027】で示される光学活性化合物、該光学活性化合物の少なくとも1種を含有する液晶組成物、および、該液晶組成物を1対の電極基板間に配置してなる液晶素子、それらを用いた表示方法ならびに液晶装置を提供するものである。

【0028】前記一般式(I)で表される光学活性化合物

【0023】
【化3】

物のうちで液晶相の温度幅、混和性、粘性、配向性の面から、好ましい化合物として(Ia)~(Ic)が挙げられる。

【0029】(Ia) A_2 が1,4-フェニレン、1個または2個の置換基を有する1,4-フェニレン、1,4-シクロヘキシレン、1,3-ジオキサン-2,5-ジイルまたは1,3-ジチアン-2,5-ジイルから選ばれる光学活性化合物。

【0030】(Ib) A_2 がピリジン-2,5-ジイル、ピラジン-2,5-ジイル、ピリダジン-3,6-ジイル、チオフェン-2,5-ジイル、チアゾール-2,5-ジイルまたはチアジアゾール-2,5-ジイルから選ばれる光学活性化合物。

【0031】(Ic) A_2 が2,6-ナフチレン、キノキサリン-2,6-ジイル、キノリン-2,6-ジイル、インダン-2,5-ジイル、2-アルキルインダン-2,5-ジイル、クマラン-2,5-ジイルまたは2-アルキルクマラン-2,5-ジイルから選ばれる光学活性化合物。

【0032】さらに好ましい例として(Iaa)~(Ica)が挙げられる。

(Iaa) A_2 が1,4-フェニレン、1個または2個の置換基を有する1,4-フェニレンまたは1,4-シクロヘキシレンから選ばれる光学活性化合物。

(Iba) A_2 がピリジン-2,5-ジイル、チアゾール-2,5-ジイルまたはチアジアゾール-2,5-ジイルから選ばれる光学活性化合物。

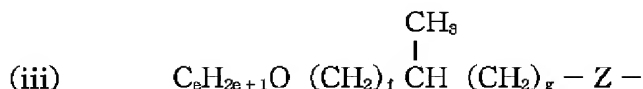
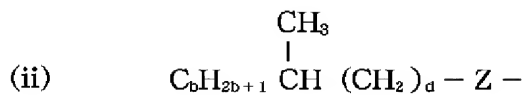
(Ica) A_2 が2,6-ナフチレン、インダン-2,5-ジイルまたはクマラン-2,5-ジイルから選ばれる光学活性化合物。

【0033】前記一般式(I)で表される光学活性化合物の R_1 は、炭素原子数が2~20の直鎖状あるいは分岐状のアルキル基が好ましく、さらに、粘性などの点で直鎖状のアルキル基がより好ましい。

【0034】前記一般式(I)で表される光学活性化合物に1個または2個の置換基を有する1,4-フェニレンが存在する場合、好ましい置換基は、F、Cl、Br、 CF_3 であり、液晶相の温度幅、粘性などの面から、より好ましくはFである。

【0035】 R_2 は好ましくは下記の(i)~(iii)から選ばれる。

【0036】
【化4】



【0037】(aは1から16の整数、d, gは0から7の整数、b, cは1から10の整数、fは0又は1を示す。但し、 $b+d \leq 16$ 、 $e+f+g \leq 16$ の条件を満たす。Zは単結合、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ を示す。)

現在まで光学活性オキサゾリジノン環を有する液晶化合物については、日本化学会第67春季年会講演予稿集I I 636ページIB310(1994年)、特開平3-151371号公報及び特開平4-234378号公報に記載されている。しかしながら、本発明の一般式(I)で示される光学活性化合物についての記載は全く無い。

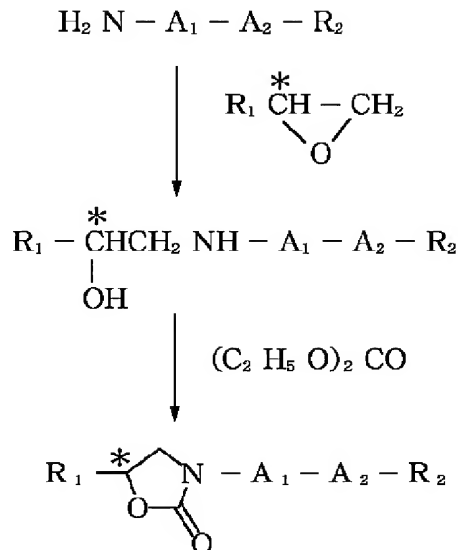
【0038】本発明者らは、一般式(I)で示される光学活性化合物を詳細に検討した結果、本発明の光学活性化合物を含む強誘電性カイラルスメクチック液晶組成物、およびそれを使用した液晶素子が、良好な配向性、高速応答性、応答速度の温度依存性の軽減、高いコントラストなど、諸特性の改良がなされ、良好な表示特性が得られることを見いだした。

【0039】また本発明の光学活性化合物は、他の化合物との相溶性が良く、液晶混合物としての自発分極、カイラルスメクチックCピッチ、コレステリックピッチ、液晶相をとる温度範囲、光学異方性、チルト角、誘電率異方性などの調整に使用することも可能である。

【0040】次に、前記一般式(I)で表される光学活性化合物の合成法の1例を以下に示す。

【0041】

【化5】



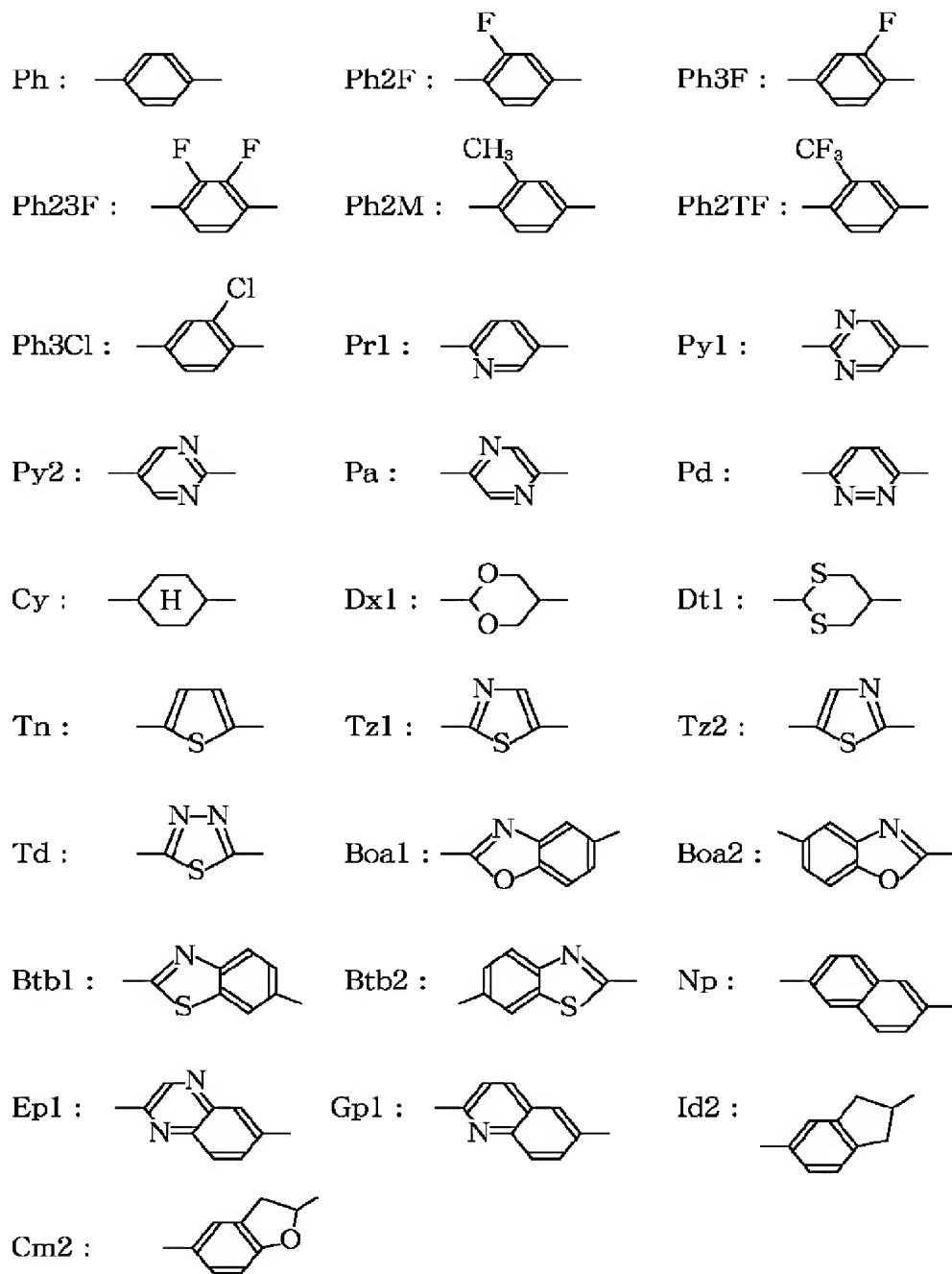
(ただし、 R_1 、 A_1 、 A_2 、 R_2 は前記定義のとおりである。)

【0042】上の例でアミノ基の存在する環 A_1 と環 A_2 にカップリングにより $-A_1-A_2-R_2$ に変換できるような基を存在させ、オキサゾリジノン環に変換した後に $-A_1-A_2-R_2$ とすることも可能である。また、原料となるアミノ化合物は、対応するニトロ化合物の還元や対応するカルボン酸誘導体の変換などによって得ることができる。

【0043】次に一般式(I)で示される光学活性化合物の具体的な構造式を下記の表に示す。以後、本発明中で用いられる略記は以下の基を示す。

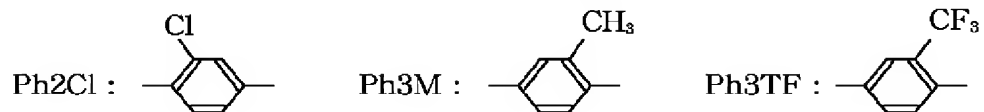
【0044】

【化6】



【 0045】

【化7】



【 0046】

【化8】

No.	R ₁	A ₁	A ₂	R ₂
1	C ₁₂ H ₂₅	Ph	Ph	C ₄ H ₉
2	C ₇ H ₁₅	Ph	Ph	C ₆ H ₁₃
3	C ₄ H ₉	Ph	Ph	C ₁₁ H ₂₃
4	CH ₂ = CH (CH ₂) ₆	Ph	Ph	C ₁₀ H ₂₁
5	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{CHCH}_2 \end{array}$	Ph	Ph	CH ₂ OC ₃ H ₇
6	C ₈ H ₁₇	Ph	Ph	OC ₆ H ₁₁
7	C ₆ H ₁₃	Ph	Ph	OC ₈ H ₁₇
8	C ₅ H ₁₁	Ph	Ph	OC ₁₂ H ₂₅
9	$\begin{array}{c} \text{F} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_{13}\text{CH} \\ * \end{array}$	Ph	Ph	OC ₉ H ₁₉
10	CH ₃ O (CH ₂) ₄	Ph	Ph	OCH(CH ₃) ₂
11	C ₉ H ₁₉	Ph	Ph	$\begin{array}{c} \text{OCC}_6\text{H}_{13} \\ \\ \text{O} \end{array}$
12	C ₁₁ H ₂₃	Ph	Ph	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{OCCHOC}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{O} \end{array}$

【0047】

【化9】

No.	R ₁	A ₁	A ₂	R ₂
13	C ₆ H ₁₃	Ph	Ph	$\begin{array}{c} \text{COC}_6\text{H}_{13} \\ \\ \text{O} \end{array}$
14	C ₈ H ₁₇	Ph2F	Ph	C ₉ H ₁₉
15	C ₁₀ H ₂₁	Ph3M	Ph	OC ₆ H ₁₃
16	C ₆ H ₁₃	Ph	Ph23F	OC ₁₀ H ₂₁
17	C ₆ H ₁₃	Ph	Ph	OCH ₃
18	C ₇ H ₁₅	Ph	Cy	C ₈ H ₁₇
19	C ₂ H ₅	Ph	Cy	C ₄ H ₉
20	C ₁₃ H ₂₇	Ph3Cl	Cy	C ₂ H ₅
21	C ₆ H ₁₃	Ph2F	Cy	C ₁₀ H ₂₁
22	C ₁₆ H ₃₃	Ph	Cy	C ₉ H ₁₇
23	C ₉ H ₁₉	Ph	Id2	C ₄ H ₉
24	C ₆ H ₁₃	Ph	Id2	C ₈ H ₁₇
25	C ₃ H ₇	Ph	Id2	C ₁₀ H ₂₁
26	CH ₂ = CH (CH ₂) ₈	Ph	Id2	C ₇ H ₁₅
27	(CH ₃) ₂ CH (CH ₂) ₃	Ph	Id2	C ₆ H ₁₃
28	C ₁₁ H ₂₃	Ph	Cm2	C ₅ H ₁₁

【0048】

【化10】

No.	R ₁	A ₁	A ₂	R ₂
29	C ₈ H ₁₇	Ph	Cm2	C ₁₀ H ₂₁
30	C ₄ H ₉	Ph	Cm2	C ₁₂ H ₂₅
31	C ₂ H ₅ O (CH ₂) ₂	Ph	Cm2	C ₈ H ₁₇
32	$\begin{array}{c} \text{F} \\ \\ \text{C}_4\text{H}_9\text{CH} \\ * \end{array}$	Ph	Cm2	C ₇ H ₁₅
33	C ₈ H ₁₇	Ph	Pr1	C ₉ H ₁₉
34	C ₆ H ₁₃	Ph	Pr1	OC ₁₀ H ₂₁
35	C ₅ H ₁₁	Ph2F	Pr1	C ₆ H ₁₃
36	C ₁₀ H ₂₁	Ph	Tn	C ₄ H ₉
37	C ₆ H ₁₃	Ph	Tn	C ₈ H ₁₇
38	C ₃ H ₇	Ph3F	Tn	C ₁₂ H ₂₅
39	C ₉ H ₁₉	Ph	Dx1	C ₆ H ₁₃
40	C ₅ H ₁₁	Ph	Dt1	C ₈ H ₁₇
41	C ₆ H ₁₃	Ph	Tz2	C ₁₀ H ₂₁
42	C ₇ H ₁₅	Ph	Tz2	C ₆ H ₁₃
43	C ₈ H ₁₇	Ph	Td	C ₅ H ₁₁

【 0 0 4 9 】

【 化 1 1 】

No.	R ₁	A ₁	A ₂	R ₂
44	$\begin{array}{c} \text{CN} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{CH} \\ * \end{array}$	Ph2M	Td	C ₁₀ H ₂₁
45	C ₁₁ H ₂₃	Ph	Pa	C ₁₄ H ₂₉
46	C ₆ H ₁₃	Ph	Pa	C ₉ H ₁₉
47	C ₄ H ₉	Ph	Pd	C ₈ H ₁₇
48	C ₁₀ H ₂₁	Ph	Pd	C ₁₂ H ₂₅
49	C ₄ H ₉	Ph	Boa1	C ₆ H ₁₃
50	$\begin{array}{c} \text{CHF}_2 \\ \\ \text{C}_6\text{H}_{13}\text{CH} \\ * \end{array}$	Ph	Boa1	C ₉ H ₁₉
51	C ₁₂ H ₂₅	Ph	Btb1	C ₈ H ₁₇
52	C ₆ H ₁₃	Ph	Btb1	C ₄ H ₉
53	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{OCHCH}_2 \\ * \end{array}$	Ph	Ep1	C ₁₀ H ₂₁
54	C ₉ H ₁₉	Ph	Ep1	OC ₅ H ₁₁
55	C ₂ H ₅	Ph	Gp1	C ₈ H ₁₇
56	CH ₂ = CH (CH ₂) ₅	Ph	Gp1	C ₄ H ₉

No.	R ₁	A ₁	A ₂	R ₂
57	C ₁₁ H ₂₃	Ph	Np	CH ₂ OC ₅ H ₁₁
58	C ₈ H ₁₇	Ph	Np	OC ₁₀ H ₂₁
59	C ₆ H ₁₃	Ph ₃ F	Ph ₃ F	OC ₆ H ₁₁
60	C ₃ H ₇	Ph ₂ F	Btb1	C ₆ H ₁₃
61	$\begin{array}{c} \text{F} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_{19}\text{CH} \\ * \end{array}$	Ph	Btb1	C ₉ H ₁₉
62	C ₆ H ₁₃	Ph ₂ F	Tz2	C ₁₀ H ₂₁
63	C ₉ H ₁₉	Ph	Tn	$\begin{array}{c} \text{COC}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{O} \end{array}$
64	C ₄ H ₉	Ph	Td	(CH ₂) ₂ CH (CH ₃) ₂
65	C ₈ H ₁₇	Ph ₂ TF	Ph	OC ₈ H ₁₇
66	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\ \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{CHCH}_2 \\ * \end{array}$	Ph	Ph	OC ₈ H ₁₃
67	C ₆ H ₁₁	Ph	Ph	C≡C (CH ₂) ₉ CH ₃
68	C ₄ H ₉	Ph	Ph ₃ TF	OC ₉ H ₁₉
69	C ₇ H ₁₅	Ph	Ph	SC ₈ H ₁₇

【0051】

【化13】

No.	R ₁	A ₁	A ₂	R ₂
70	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{OCH} \\ * \end{array}$	Ph ₂ Cl	Ph	OC ₁₂ H ₂₅
71	C ₈ H ₁₇	Ph	Ph	OCH ₃
72	C ₈ H ₁₇	Ph	Ph	C ₈ H ₁₇
73	C ₈ H ₁₇	Ph	Ph	OCOC ₆ H ₁₃

【0052】本発明の液晶組成物は前記一般式(Ⅰ)で示される光学活性化合物の少なくとも一種と他の液晶性

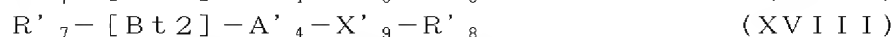
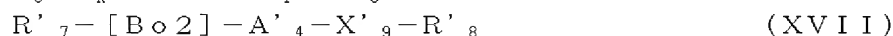
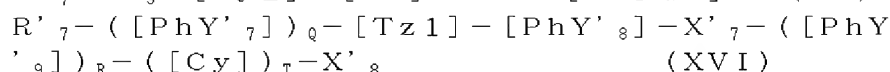
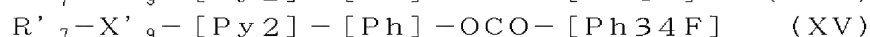
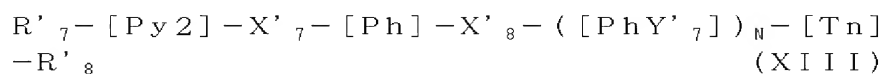
化合物1種以上とを適当な割合で混合することにより得ることができる。併用する他の液晶性化合物の数は1～

50、好ましくは1〜30、より好ましくは3〜30の範囲である。また、本発明による液晶組成物は強誘電性液晶組成物、特に強誘電性カイラルスメクチック液晶組成物が好ましい。

- ・ピリミジン環を含む直結系・エステル系液晶性化合物 (I II) ・ (I V) 式
- ・フェニル系液晶性化合物 (V) 式
- ・フェニル・シクロヘキサン系液晶性化合物 (VI) 式
- ・ナフタレン系液晶性化合物 (VII) 式
- ・ピラジン系液晶性化合物 (VIII) 式
- ・ピリダジン系液晶性化合物 (IX) 式
- ・ピリジン系液晶性化合物 (IX) ・ (X) ・ (XI) 式
- ・チアジアゾール系液晶性化合物 (XII) 式

などが挙げられる。

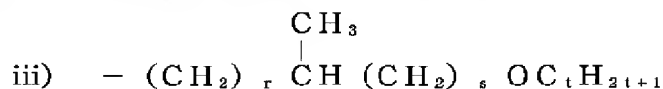
【0054】また、それぞれの液晶性化合物群の中で好ましくは (I II a) 〜 (X II d) 式で示される液晶性化合物が挙げられる。さらに好ましくは (I II a a) 〜 (X II d b) 式で示される液晶性化合物を挙げることができる。



【0057】ここで R'_7 、 R'_8 は水素原子又は炭素数1〜18の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上の $-CH_2-$ 基はヘテロ原子が隣接しない条件で $-C^*HF-$ 、 $-C^*H(CF_3)-$ 、 $-O-$ 、 $-CO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-COO-$ 、 $-CH(CN)-$ 、 $-C(CN)(CH_3)-$ に置き換えられていてもよい。

【0058】更に R'_7 、 R'_8 は好ましくは下記の i) 〜 ix) である。

【0059】i) 炭素数1〜15の直鎖状アルキル



$r: 0 \sim 6$ 、 $s: 0$ または 1 、 $t: 1 \sim 14$ 整数

光学活性でもよい

【0062】

【化17】



$w: 1 \sim 14$ 整数

光学活性でもよい

【0063】

【0053】本発明で用いる他の液晶性化合物として特開平4-272989号公報(23)〜(39)ページに記載されている、下記の

【0055】また、以下の一般式 (X III) 〜 (X V I I I) で示される液晶性化合物も用いることができる。

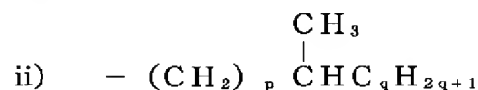
【0056】

【化14】

基

【0060】

【化15】



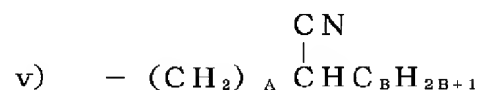
$p: 0 \sim 5$ 、 $q: 2 \sim 11$ 整数

光学活性でもよい

【0061】

【化16】

【化18】

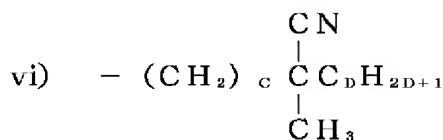


$A: 0 \sim 2$ 、 $B: 1 \sim 15$ 整数

光学活性でもよい

【0064】

【化19】



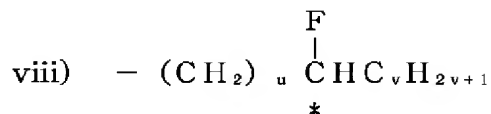
C: 0~2、D: 1~15 整数

光学活性でもよい

【0065】vii) -H

【0066】

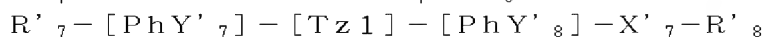
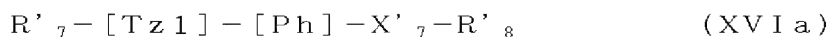
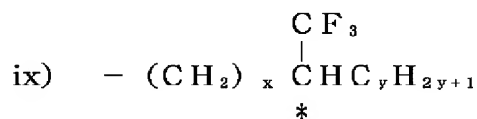
【化20】



uは0、1、vは1~16の整数を示す。

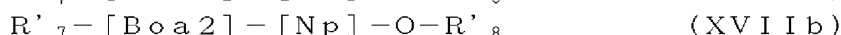
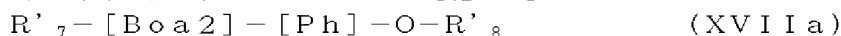
【0067】

【化21】

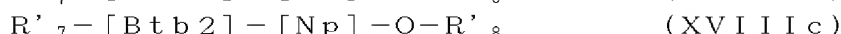
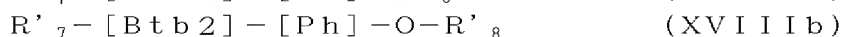
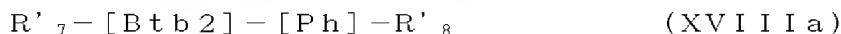


(XVI b)

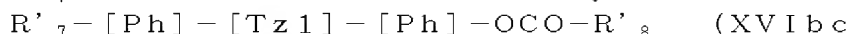
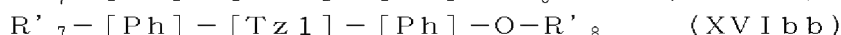
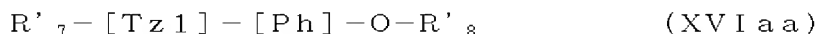
【0073】(XVII)の好ましい化合物として(XVII a)、(XVII b)が挙げられる。



【0075】(XVIII)の好ましい化合物として(XVIII a)~(XVIII c)が挙げられる。



【0077】(XVI a)、(XVI b)の好ましい化合物として(XVI ba)~(XVI bc)が挙げられる。



)

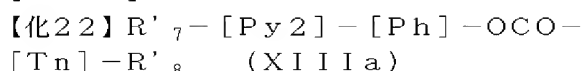
【0079】Ph、Py2、Tn、Tz1、Cy、Np、Boa2、Btb2の略記は前記定義に準じ他の略記については以下の基を示す。

xは0~2、yは1~15の整数を示す。

【0068】N、Q、R、Tはそれぞれ0もしくは1を示し、Y'₇、Y'₈、Y'₉はそれぞれHまたはFを示す。X'₇、X'₈は単結合、-COO-、-CH₂O-もしくは-OCH₂-を示す。X'₉は単結合、-COO-、-OCO-もしくは-O-であり、A'₄は1、4-フェニレンあるいはナフタレン-2、6-ジイルを示す。

【0069】(XIII)の好ましい化合物として(XIII a)が挙げられる。

【0070】



【0071】(XVI)の好ましい化合物として(XVI a)、(XVI b)が挙げられる。

【0072】

【化23】

【0074】

【化24】

【0076】

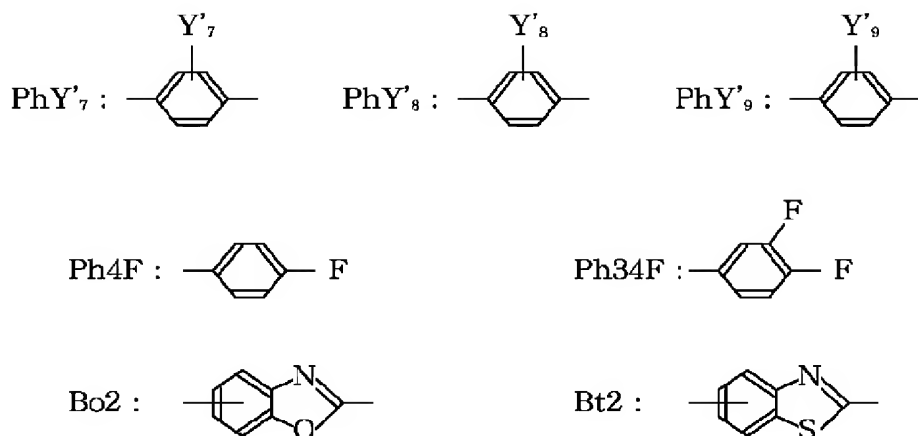
【化25】

【0078】

【化26】

【0080】

【化27】



【0081】本発明の光学活性化合物と、1種以上の上述の液晶性化合物、あるいは液晶組成物とを混合する場合、混合して得られた液晶組成物中に占める本発明の光学活性化合物の割合は1重量%～80重量%であることが望ましい。強誘電性液晶素子を実用化するためには、広い温度領域での液晶性、高速応答性、高コントラスト、均一なスイッチング等の多くの特性を満足させることが不可欠である。ところが、単一の化合物でこれらをすべて満たすものは無く、それぞれの面で優れた多種の化合物を用いて液晶組成物を作成し、用いるのが一般的である。この点において、液晶組成物中に占める本発明の光学活性化合物の割合は、好ましくは1重量%～60重量%、更に、構成する他の光学活性化合物の特徴を生かすことも考慮すると1重量%～40重量%であることが望ましい。1重量%未満では、本発明の化合物の効果が小さ過ぎ、特徴が生かされない可能性があり、80重量%を越えると低温で析出するなどの問題がでてくる可能性があり好ましくない。

【0082】また、本発明の光学活性化合物を2種以上用いる場合は、混合して得られた液晶組成物中に占める本発明の光学活性化合物2種以上の混合物の割合は、1重量%～80重量%、上述のように多種の化合物からなる液晶組成物を作成する点において、好ましくは1重量%～60重量%、更に、構成する他の光学活性化合物の特徴を生かすことも考慮すると、1重量%～40重量%であることが望ましい。1重量%未満では、本発明の化合物の効果が小さ過ぎ、特徴が生かされない可能性があり、80重量%を越えると低温で析出するなどの問題がでてくる可能性があり好ましくない。

【0083】更に、本発明の強誘電性液晶素子における強誘電性液晶層は、先に示したようにして作成した強誘電性液晶組成物を真空中、等方性液体温度まで加熱し、素子セル中に封入し、徐々に冷却して液晶層を形成させ常圧に戻すことが好ましい。

【0084】図1は強誘電性液晶素子の構成の説明のために、本発明の強誘電性液晶層を有する液晶素子の一例を示す断面概略図である。

【0085】図1を参照して、液晶素子は、それぞれ透明電極3および絶縁性配向制御層4を設けた一对のガラス基板2間にカイラルスメクチック相を示す液晶層1を配置し、且つその層厚をスペーサー5で設定してなるものであり、一对の透明電極3間にリード線6を介して電源7より電圧を印加可能に接続する。また一对の基板2は、一对のクロスニコル偏光板8により挟持され、その一方の外側には光源9が配置される。

【0086】2枚のガラス基板2には、それぞれ In_2O_3 、 SnO_2 あるいはITO（インジウム チン オキシド；Indium Tin Oxide）等の薄膜から成る透明電極3が被覆されている。その上にポリイミドの様な高分子の薄膜をガーゼやアセテート植毛布等でラビングして、液晶をラビング方向に配列するための絶縁性配向制御層4が形成されている。

【0087】また、絶縁物質として、例えばシリコン窒化物、水素を含有するシリコン窒化物、シリコン炭化物、水素を含有するシリコン炭化物、シリコン酸化物、硼素窒化物、水素を含有する硼素窒化物、セリウム酸化物、アルミニウム酸化物、ジルコニウム酸化物、チタン酸化物やフッ化マグネシウムなどの無機物質絶縁層を形成し、その上にポリビニルアルコール、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリエステルイミド、ポリパラキシレン、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリビニルアセタール、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリアミド、ポリスチレン、セルロース樹脂、メラミン樹脂、ユリヤ樹脂、アクリル樹脂やフォトレジスト樹脂などの有機絶縁物質を配向制御層として、2層で絶縁性配向制御層4が形成されてもよく、また無機物質絶縁性配向制御層あるいは有機物質絶縁性配向制御層単層であっても良い。

【0088】この絶縁性配向制御層が無機系ならば蒸着法などで形成でき、有機系ならば有機絶縁物質を溶解させた溶液、またはその前駆体溶液（溶剤に0.1～20重量%、好ましくは0.2～10重量%）を用いて、スピンナー塗布法、浸漬塗布法、スクリーン印刷法、スプレー塗布法、ロール塗布法等で塗布し、所定の硬化条件

下(例えば加熱下)で硬化させ形成させることができる。

【0089】絶縁性配向制御層4の層厚は通常1nm～1μm、好ましくは1nm～3000Å、さらに好ましくは1nm～1000Åが適している。

【0090】この2枚のガラス基板2はスペーサー5によって任意の間隔に保たれている。例えば、所定の直径を持つシリカビーズ、アルミナビーズをスペーサーとしてガラス基板2枚で挟持し、周囲をシール材、例えばエポキシ系接着材を用いて密封する方法がある。その他、スペーサーとして高分子フィルムやガラスファイバーを使用しても良い。この2枚のガラス基板の間に強誘電性液晶が封入されている。

【0091】強誘電性液晶が封入された強誘電性液晶層1は、一般には0.5～20μm、好ましくは1～5μmである。

【0092】透明電極3からはリード線によって外部の電源7に接続されている。また、ガラス基板2の外側には、偏光板8が貼り合わせてある。図1の例は透過型であり、光源9を備えている。

【0093】図2は、強誘電性を利用した液晶素子の動作説明のために、セルの例を模式的に描いたものである。21aと21bは、それぞれ In_2O_3 、 SnO_2 あるいはITO(インジウム チン オキサイド; Indium Tin Oxide)等の薄膜からなる透明電極で被覆された基板(ガラス板)であり、その間に液晶分子層22がガラス面に垂直になるよう配向したSmC* 相又はSmH* 相の液晶が封入されている。太線で示した線23が液晶分子を表わしており、この液晶分子23はその分子に直交した方向に双極子モーメント(P⊥)24を有している。基板21aと21b上の電極間に一定の閾値以上の電圧を印加すると、液晶分子23のらせん構造がほどけ、双極子モーメント(P⊥)24がすべて電界方向に向くよう、液晶分子23は配向方向を変えることができる。液晶分子23は、細長い形状を有しており、その長軸方向と短軸方向で屈折率異方性を示し、従って例えばガラス面の上下に互いにクロスニコルの偏光子を置けば、電圧印加極性によって光学特性が変わる液晶光学変調素子となることは、容易に理解される。

【0094】本発明における光学変調素子で好ましく用いられる液晶セルは、その厚さを十分に薄く(例えば10μ以下)することができる。このように液晶層が薄くなるにしたがい、図3に示すように電界を印加していない状態でも液晶分子のらせん構造がほどけ、その双極子モーメントPaまたはPbは上向き(34a)又は下向き(34b)のどちらかの状態をとる。このようなセルに、図3に示す如く一定の閾値以上の極性の異なる電界Ea又はEbを電圧印加手段31aと31bにより付与すると、双極子モーメントは、電界Ea又はEbの電界

ベクトルに対応して上向き34a又は下向き34bと向きを変え、それに応じて液晶分子は、第1の安定状態33aかあるいは第2の安定状態33bの何れか一方に配向する。

【0095】このような強誘電性液晶素子を光学変調素子として用いることの利点は、先にも述べたが2つある。その第1は、応答速度が極めて速いことであり、第2は液晶分子の配向が双安定性を有することである。第2の点を、例えば図3によって更に説明すると、電界Eaを印加すると液晶分子は第1の安定状態33aに配向するが、この状態は電界を切っても安定である。又、逆向きの電界Ebを印加すると、液晶分子は第2の安定状態33bに配向して、その分子の向きを変えるが、やはり電界を切ってもこの状態に留まっている。又、与える電界EaあるいはEbが一定の閾値を越えない限り、それぞれ前の配向状態にやはり維持されている。

【0096】図4は本発明で用いた駆動波形の一例である。図4(A)の中の S_S は選択された走査線に印加する選択走査波形を、 S_N は選択されていない非選択走査波形を、 I_S は選択されたデータ線に印加する選択情報波形(黒)を、 I_N は選択されていないデータ線に印加する非選択情報信号(白)を表わしている。また、図中($I_S - S_S$)と($I_N - S_S$)は選択された走査線上の画素に印加する電圧波形で、電圧($I_S - S_S$)が印加された画素は黒の表示状態をとり、電圧($I_N - S_S$)が印加された画素は白の表示状態をとる。

【0097】図4(B)は図(A)に示す駆動波形で、図5に示す表示を行ったときの時系列波形である。図4に示す駆動例では、選択された走査線上の画素に印加される単一極性電圧の最小印加時間 Δt が書き込み位相 t_2 の時間に相当し、1ラインクリヤ t_1 位相の時間が2 Δt に設定されている。

【0098】さて、図4に示した駆動波形の各パラメータ V_S 、 V_I 、 Δt の値は使用する液晶材料のスイッチング特性によって決定される。ここでは、バイアス比 $V_I / (V_I + V_S) = 1/3$ に固定されている。

【0099】バイアス比を大きくすることにより駆動適正電圧の幅を大きくすることは可能であるが、バイアス比を増すことは情報信号の振幅を大きくすることを意味し、画質的にはちらつきの増大、コントラストの低下を招き好ましくない。我々の検討ではバイアス比1/3～1/4程度が実用的であった。

【0100】本発明の液晶素子は種々の液晶装置を構成し得るが、特に表示装置として表示パネル部に使用し、図6及び図7に示した走査線アドレス情報をもつ画像情報なるデータフォーマット及びSYNC信号による通信同期手段をとることにより、液晶表示装置を実現する。

【0101】図中、符号はそれぞれ以下の通りである。

- 101 強誘電性液晶表示装置
- 102 グラフィックスコントローラ
- 103 表示パネル
- 104 走査線駆動回路
- 105 情報線駆動回路
- 106 デコーダ
- 107 走査信号発生回路
- 108 シフトレジスタ
- 109 ラインメモリ
- 110 情報信号発生回路
- 111 駆動制御回路
- 112 G CPU
- 113 ホストCPU
- 114 VRAM

【0102】画像情報の発生は、本体装置側のグラフィックスコントローラ102にて行われ、図6及び図7に示した信号転送手段にしたがって表示パネル103に転送される。グラフィックスコントローラ102は、CPU（中央演算処理装置、以下G CPU 112と略す）及びVRAM（画像情報格納用メモリ）114を核に、ホストCPU 113と液晶表示装置101間の画像情報の管理や通信をつかさどっており、本発明の制御方法は主にこのグラフィックスコントローラ102上で実現されるものである。なお、該表示パネルの裏面には光源が配置されている。

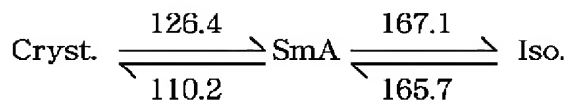
【0103】

【実施例】以下、実施例により本発明について更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0104】実施例1

(5R)-3-[4-(2-デシルマラン-5-イル)フェニル]-5-オクタール-2-オキサゾリジノン（例示化合物 No. 29）の製造

p-ブロモアニリン6.00g (34.9mmol)、(R)-1, 2-エポキシデカン6.30g (4
相転移温度 (°C)



【0108】実施例2

(5R)-5-ヘキシル-3-[4-(4'-メトキシビフェニル)]-2-オキサゾリジノン（例示化合物 No. 17）の製造

p-ブロモアニリン3.00g (17.4mmol)、(R)-1, 2-エポキシオクタン2.58g (20.1mmol)、イソプロパノール60mlを200mlナスフラスコに入れ、22時間30分還流撹拌した。反応終了後イソプロパノールを減圧留去し、残渣にヘキサンを加えて-20℃付近に冷却し、析出した

0.3mmol)、イソプロパノール100mlを300mlナスフラスコに入れ、47時間還流撹拌した。反応終了後イソプロパノールを減圧留去し、残渣にヘキサンを加えて-20℃付近に冷却し、析出した(2R)-1-(4-ブロモフェニルアミノ)-2-デカノールの結晶を濾取した。収量7.21g (収率63.0%)

【0105】(2R)-1-(4-ブロモフェニルアミノ)-2-デカノール7.10g (21.6mmol)、炭酸ジエチル3.26g (27.6mmol)、ナトリウムメトキシド0.071g (1.31mmol)、乾燥トルエン90mlを300mlナスフラスコに入れ、11時間還流撹拌した。反応液を濃縮し、シリカゲルカラムクロマト（溶離液；トルエン/酢酸エチル：100/1）で精製し、メタノールで再結晶して(5R)-3-(4-ブロモフェニル)-5-オクタール-2-オキサゾリジノン5.56g (収率72.6%)を得た。

【0106】30mlナスフラスコに(5R)-3-(4-ブロモフェニル)-5-オクタール-2-オキサゾリジノン0.50g (1.41mmol)、2-デシルマラン-5-ボロン酸0.48g (1.58mmol)、トルエン2.4ml、エタノール1.4mlを入れ、窒素気流中で撹拌しながらテトラキス（トリフェニルホスフィン）パラジウム(O)0.08g、2M-炭酸ナトリウム水溶液2.4mlを加え、6時間50分還流撹拌した。反応終了後反応物を室温まで冷却し、析出した結晶を濾取、水洗し、シリカゲルカラムクロマト（溶離液；トルエン/酢酸エチル：100/1）で精製し、トルエン-メタノール混合溶媒で再結晶して(5R)-3-[4-(2-デシルマラン-5-イル)フェニル]-5-オクタール-2-オキサゾリジノン0.70g (収率92.9%)を得た。この化合物の相転移温度を次に示す。

【0107】

【数2】

(2R)-1-(4-ブロモフェニルアミノ)-2-オクタノールの結晶を濾取した。収量2.64g (収率50.4%)

【0109】(2R)-1-(4-ブロモフェニルアミノ)-2-オクタノール2.55g (8.49mmol)、炭酸ジエチル1.28g (10.8mmol)、ナトリウムメトキシド0.028g (0.52mmol)、乾燥トルエン35mlを100mlナスフラスコに入れ、19時間20分還流撹拌した。反応液を濃縮し、シリカゲルカラムクロマト（溶離液；トルエン

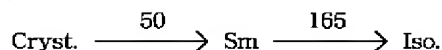
／酢酸エチル：100／1）で精製し、メタノールで再結晶して（5R）-3-（4-ブロモフェニル）-5-ヘキシル-2-オキサゾリジノン1.13g（収率40.8％）を得た。

【0110】 20mlナスフラスコに（5R）-3-（4-ブロモフェニル）-5-ヘキシル-2-オキサゾリジノン0.33g（1.01mmole）、4-メトキシフェニルボロン酸0.17g（1.12mmole）、トルエン1.7ml、エタノール1.0mlを入れ、窒素気流中で攪拌しながらテトラキス（トリフェニルホスフィン）パラジウム（O）0.06g、2M-炭酸ナトリウム水溶液1.7mlを加え、6時間50分還流攪拌した。反応終了後反応物を室温まで冷却し、析出した結晶を濾取、水洗し、シリカゲルカラムクロマト（溶離液；トルエン／酢酸エチル：100／1）で精製し、トルエン-メタノール混合溶媒で再結晶して（5R）-5-ヘキシル-3-〔4-（4'-メトキシビフェニル）〕-2-オキサゾリジノン0.30g（収率83.9％）を得た。この化合物の相転移温度を次に示す。

【0111】

【数3】

相転移温度（℃）



Sm：未同定のスメクチック相

【0112】実施例3

（5R）-5-ヘキシル-3-〔4-（4'-オクチルオキシビフェニル）〕-2-オキサゾリジノン（例示化合物 No. 7）の製造

実施例2で製造した（5R）-3-〔4-（4'-メトキシビフェニル）〕-5-ヘキシル-2-オキサゾリジノン0.29gをナスフラスコ中で7mlのジクロロメタンに溶解し、ドライアイス-アセトン浴で冷却したところへ三臭化ホウ素のジクロロメタン溶液（1.0M）1.7mlを滴下して加えた。攪拌しながら室温まで戻し、氷水に注入後、酢酸エチルで抽出した。得られた有機層は食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を留去し、メタノールで再結晶を行った。0.27gの（5R）-5-ヘキシル-3-〔4-（4'-ヒドロキシビフェニル）〕-2-オキサゾリジノンを得た。

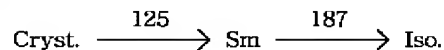
【0113】 （5R）-5-ヘキシル-3-〔4-（4'-ヒドロキシビフェニル）〕-2-オキサゾリジノン0.26gと、ジメチルホルムアミド3mlをナスフラスコに入れ、室温下で攪拌しているところへ60％水素化ナトリウム0.035gを加えた。次に、ヨウ化オクタン0.16mlを滴下して加え、70℃にて、30分間反応させた。反応終了後、生成物を濾取し、シリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製し、0.31g

の目的物を得た。この化合物の相転移温度を次に示す。

【0114】

【数4】

相転移温度（℃）



【0115】実施例4

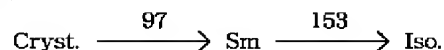
（5R）-5-ヘキシル-3-〔4-（2-オクチルインダネン-5-イル）フェニル〕-2-オキサゾリジノン（例示化合物 No. 24）の製造

ナスフラスコに（5R）-3-（4-ブロモフェニル）-5-ヘキシル-2-オキサゾリジノン45mg、2-オクチルインダネン-5-ボロン酸40mg、（PPh₃）₄ Pd 8mg、トルエン0.5ml、エタノール0.2ml、2M-炭酸ナトリウム水溶液0.5mlを入れ、室温下で2時間攪拌した。反応終了後、溶媒を除き、乾燥させて、水で洗浄し、シリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製した後、トルエン-メタノール混合溶媒で再結晶を行った。収量は41mgであった。この化合物の相転移温度を次に示す。

【0116】

【数5】

相転移温度（℃）



【0117】実施例5

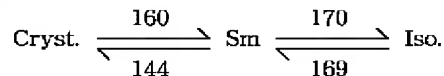
（5R）-3-〔4-（4'-メトキシビフェニル）〕-5-オクチル-2-オキサゾリジノン（例示化合物 No. 71）の製造

実施例2において、（R）-1, 2-エポキシオクタンの代わりに（R）-1, 2-エポキシデカンを用いる以外は実施例2と同様の操作を行い、表記化合物を得た。収量1.56gこの化合物の相転移温度を以下に示す。

【0118】

【数6】

相転移温度（℃）



【0119】実施例6

（5R）-3-〔4-（4'-オクチルビフェニル）〕-5-オクチル-2-オキサゾリジノン（例示化合物 No. 72）の製造

ナスフラスコに（5R）-3-〔4-（4'-メトキシビフェニル）〕-5-オクチル-2-オキサゾリジノン150g、ジクロロメタン35mlを入れ、ドライアイス-アセトン浴で冷却したところへ1.0Mの三臭化ホウ素のジクロロメタン溶液を滴下して加えた。室温に戻した後、反応混合物を氷水に注入し、酢酸エチルで有機層を抽出した。これを水洗し、無水硫酸ナトリウム

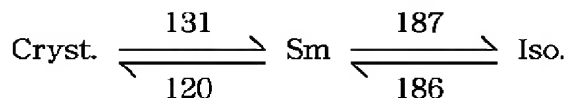
で乾燥後、溶媒を留去し、メタノールで再結晶を行った。1.27gの(5R)-3-[4-(4'-ヒドロキシビフェニル)]-5-オクチル-2-オキサゾリジノンを得た。

【0120】 3mlのピリジンに0.60gの(5R)-3-[4-(4'-ヒドロキシビフェニル)]-5-オクチル-2-オキサゾリジノンを溶解させた溶液にトリフルオロメチルスルホン酸無水物0.44mlを滴下して加えた。7時間室温で攪拌し、(5R)-3-[4-(4'-トリフルオロメチルスルホンニルビフェニル)]-5-オクチル-2-オキサゾリジノンを得た。収量0.77g

【0121】 四ツ口のアスフラスコに1-オクテン0.21g、乾燥テトラヒドロフラン1mlを入れ、-12.5℃以下に冷却し、9-ボラビシクロ[3, 3, 1]ノナン(0.5M、テトラヒドロフラン溶液)4.0mlを滴下して加えた。

【0122】次に、(PPh₃)₄Pd0.04gを加え、さらに(5R)-3-[4-(4'-トリフルオロメチルスルホンニルビフェニル)]-5-オクチル-2-オキサゾリジノン0.66gを6mlのジメチルホルムアミド、炭酸カリウム0.37gと共に加え、58〜67℃で8時間攪拌した。反応終了後、不溶物を濾過して取り除き、溶媒を留去し、シリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製した。さらに、アセトンで再結晶を

相転移温度(℃)



【0126】実施例8

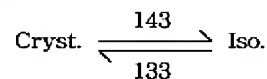
下記化合物を下記の重量部で混合し、液晶組成物Aを作成した。

行い、0.02gの目的物を得た。相転移温度を以下に示す。

【0123】

【数7】

相転移温度(℃)



【0124】実施例7

(5R)-3-[4-(4'-ヘプタノイルオキシビフェニル)]-5-オクチル-2-オキサゾリジノン(例示化合物 No. 73)の製造

ナスフラスコに実施例6で得られた、(5R)-3-[4-(4'-ヒドロキシビフェニル)]-5-オクチル-2-オキサゾリジノン0.30g、ヘプタン酸0.12g、1,3-ジシクロヘキシルカルボジイミド0.18g、4-ピロリジノピリジン0.04g、ジクロロメタン10mlを入れ、室温で8時間攪拌した。反応終了後、不溶物を濾過して除去し、溶媒を留去後、シリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製した。さらに、トルエン-メタノール混合溶媒で再結晶を行い、0.32gの目的物を得た。相転移温度を以下に示す。

【0125】

【数8】

【0127】

【化28】

構 造 式	重量部
$C_7H_{15} - Py2 - Ph - OC_9H_{19}$	12
$C_{11}H_{23} - Py2 - Ph - OC_6H_{13}$	10
$C_8H_{17} - Py2 - Ph - O(CH_2)_5 * CH(CH_3)C_2H_5$	10
$C_{10}H_{21} - Py2 - Ph - O(CH_2)_4CH(CH_3)OCH_3$	3
$C_8H_{17} - Py2 - Ph - Ph - OC_6H_{13}$	8
$C_6H_{13}O - Ph - OCO - Np - OC_9H_{19}$	4
$C_8H_7 - Cy - COO - Ph - Py1 - C_{11}H_{23}$	6
$C_8H_{17} - Cy - COO - Ph - Py1 - C_{11}H_{23}$	2
$C_6H_{11} - Cy - COO - Ph - Py1 - C_{11}H_{23}$	8
$C_{10}H_{21}O - Ph - COO - Ph - OCH_2 * CH(CH_3)C_2H_5$	15
$C_4H_9 - Cy - CH_2O - Ph - Py1 - C_6H_{13}$	7
$C_6H_{11} - Cy - CH_2O - Ph - Py1 - C_6H_{13}$	7
$C_9H_{19}O - Ph - OCH_2 - Ph - Ph - C_7H_{15}$	4
$C_6H_{13} * CH(CH_3)O - Ph - COO - Ph - Ph - OCO * CH(CH_3)OC_4H_9$	2
$C_{12}H_{25} - Py2 - Ph - OCO * CH(Cl) * CH(CH_3)C_2H_5$	2

(*Cは光学活性な不斉炭素原子を示す)

【0128】更にこの液晶組成物Aに対して、以下に示す例示化合物を各々以下に示す重量部で混合し、液晶組成物Bを作成した。

【0129】

【化29】

例示化合物No.	重量部
No. 3	2
No. 9	3
No. 14	1
液晶組成物 A	94

【0130】更に、2枚の0.7mm厚のガラス板を用意し、それぞれのガラス板上にITO膜を形成し、電圧印加電極を作成し、さらにこの上にSiO₂を蒸着させ絶縁層とした。ガラス板上にシランカップリング剤〔信越化学(株)製KBM-602〕0.2%イソプロピルアルコール溶液を回転数33S⁻¹のスピナーで15秒間塗布した。成膜後、60分間、300℃加熱縮合焼成処理を施した。この時の塗膜の膜厚は約25nmであった。

	10℃
応答速度	488μsec

【0135】比較例1

【0131】この焼成後の被膜には、アセテート植毛布によるラビング処理がなされ、その後イソプロピルアルコール液で洗浄し、平均粒径2μmのアルミナビーズを一方のガラス板上に散布した後、それぞれのラビング処理軸が互いに平行となる様にし、接着シール剤〔リクソンボンド(チッソ(株))〕を用いてガラス板をはり合わせ、60分間、100℃にて加熱乾燥しセルを作成した。

【0132】このセルに液晶組成物Bを等方性液体状態で注入し、等方相から20℃/hで25℃まで徐冷することにより、強誘電性液晶素子を作成した。このセルのセル厚をベレック位相板によって測定したところ約2μmであった。この液晶素子内の均一配向性は良好であり、モノドメイン状態が得られた。

【0133】この強誘電性液晶素子を使って、ピーク・トウ・ピーク電圧V_{pp}=20Vの電圧印加により直交ニコル下での光学的な応答(透過光量変化0~90%)を検知して応答速度(以後、光学応答速度という)を測定した。その測定結果を次に示す。

【0134】

【表1】

	25℃	40℃
	252μsec	140μsec

実施例8で混合した液晶組成物Aをセル内に注入する以

外は全く実施例8と同様の方法で強誘電性液晶素子を作成し、光学応答速度を測定した。その測定結果を次に示す。

【0136】

【表2】

	10℃	25℃	40℃
応答速度	784 μ sec	373 μ sec	197 μ sec

【0137】実施例9

実施例8で使用した例示化合物No. 3, 9, 14のかわりに以下に示す例示化合物を各々以下に示す重量部で混合し、液晶組成物Cを作成した。

【0138】

【化30】

例示化合物No.	重量部
No. 25	2
No. 42	2
No. 52	2
液晶組成物 A	94

	10℃	25℃	40℃
応答速度	526 μ sec	276 μ sec	152 μ sec

【0141】実施例10

下記化合物を下記の重量部で混合し、液晶組成物Dを作成した。

【0139】この液晶組成物を用いた以外は全く実施例8と同様の方法で強誘電性液晶素子を作成し、光学応答速度を測定し、スイッチング状態を観察した。この液晶素子内の均一配向性は良好であり、モノドメイン状態が得られた。その測定結果を次に示す。

【0140】

【表3】

【0142】

【化31】

構 造 式	重量部
$C_6H_{17} - Py2 - Ph - OC_6H_{13}$	10
$C_8H_{17} - Py2 - Ph - OC_9H_{19}$	5
$C_{10}H_{21} - Py2 - Ph - OCOC_8H_{17}$	7
$C_{10}H_{21} - Py2 - Ph - O (CH_2)_3CH (CH_3) OC_3H_7$	7
$C_{12}H_{25} - Py2 - Ph - O (CH_2)_4CH (CH_3) OCH_3$	6
$C_6H_{11} - Py2 - Ph - Ph - C_6H_{13}$	5
$C_7H_{15} - Py2 - Ph - Ph - C_6H_{13}$	5
$C_4H_9 - Cy - COO - Ph - Py1 - C_{12}H_{25}$	8
$C_3H_7 - Cy - COO - Ph - Py1 - C_{10}H_{21}$	8
$C_6H_{19}O - Ph - COO - Ph - OC_5H_{11}$	20
$C_8H_{17} - Ph - COO - Ph - Ph - OCH_2C^*H (CH_3) C_2H_5$	5
$C_8H_{17} - Ph - OCO - Ph - Ph - C^*H(CH_3) OCOC_6H_{13}$	5
$C_6H_{13} - Ph - OCH_2 - Ph - Ph - C_7H_{15}$	6
$C_{12}H_{25} - Py2 - Ph - OCH_2C^*H (F) C_6H_{13}$	3

(*Cは光学活性な不斉炭素原子を示す)

【0143】更にこの液晶組成物Dに対して、以下に示す例示化合物を各々以下に示す重量部で混合し、液晶組成物Eを作成した。

【0144】

【化32】

例示化合物No.	重量部
No. 21	1
No. 54	2
No. 56	2
液晶組成物 D	95

	10℃	25℃	40℃
応答速度	444μsec	226μsec	120μsec

【0147】比較例2

実施例10で混合した液晶組成物Dをセル内に注入する以外は全く実施例8と同様の方法で強誘電性液晶素子を作成し、光学応答速度を測定した。その結果を次に示

	10℃	25℃	40℃
応答速度	653μsec	317μsec	159μsec

【0145】この液晶組成物を用いた以外は全く実施例8と同様の方法で強誘電性液晶素子を作成し、光学応答速度を測定し、スイッチング状態を観察した。この液晶素子内の均一配向性は良好であり、モノドメイン状態が得られた。光学応答速度の測定結果を次に示す。

【0146】

【表4】

す。

【0148】

【表5】

【0149】実施例11

実施例10で混合した例示化合物No. 21, 54, 56の代わりに以下に示す例示化合物を各々以下に示す重量部で混合し、液晶組成物Fを作成した。

【0150】

【化33】

例示化合物No.	重量部
No. 30	2
No. 33	1
No. 43	3
液晶組成物 D	94
応答速度	10℃ 418μsec

【0153】実施例8, 9, 10, 11から明らかな様に、本発明による液晶組成物B, C, E, Fを用いた液晶素子は、低温における作動特性、高速応答性が改善され、また光学応答速度の温度依存性も軽減されたものとなっている。

【0154】実施例12

実施例18で使用したポリイミド樹脂前駆体1.5%ジ

応答速度	10℃ 464μsec
------	----------------

【0156】実施例13

実施例8で使用したSiO₂を用いずに、ポリイミド樹脂だけで配向制御層を作成した以外は全く実施例8と同様の方法で強誘電性液晶素子を作成し、光学応答速度を

応答速度	10℃ 440μsec
------	----------------

【0158】実施例12, 13より明らかな様に、素子構成を変えた場合でも本発明に従う強誘電性液晶組成物を用いる素子は、実施例8と同様に低温作動特性が非常に改善され、かつ応答速度の温度依存性が軽減されたものとなっている。

【0159】

【発明の効果】本発明の光学活性化合物はそれ自体でカイラルスメクチック相を示せば、強誘電性を利用した素子に有効に適用できる材料となる。また、本発明の化合物を含有する液晶組成物がカイラルスメクチック相を示す場合は、該液晶組成物を含有する素子は、該液晶組成物が示す強誘電性を利用して動作させることができる。

【0160】このようにして利用されうる本発明の強誘電性液晶素子は、スイッチング特性が良好で、低温作動特性の改善された液晶素子、及び応答速度の温度依存性の軽減された液晶素子とすることができる。なお、本発明の液晶素子を表示素子として光源、駆動回路等と組み合わせた表示装置は良好な装置となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】カイラルスメクチック相を示す液晶を用いた液

【0151】この液晶組成物を用いた以外は全く実施例8と同様の方法で強誘電性液晶素子を作成し、光学応答速度を測定し、スイッチング状態を観察した。この液晶素子内の均一配向性は良好であり、モノドメイン状態が得られた。光学応答速度の測定結果を次に示す。

【0152】

【表6】

25℃	40℃
210μsec	110μsec

メチルアセトアミド溶液に代えて、ポリビニルアルコール樹脂〔クラレ（株）製PUA-117〕2%水溶液を用いた他は、全く同様の方法で強誘電性液晶素子を作成し、実施例8と同様の方法で光学応答速度を測定した。その測定結果を次に示す。

【0155】

【表7】

25℃	40℃
238μsec	130μsec

測定した。その測定結果を次に示す。

【0157】

【表8】

25℃	40℃
224μsec	122μsec

晶素子の一例の断面概略図である。

【図2】液晶のもつ強誘電性を利用した液晶素子の動作説明のために素子セルの一例を模式的に表わす斜視図である。

【図3】液晶のもつ強誘電性を利用した液晶素子の動作説明のために素子セルの一例を模式的に表わす斜視図である。

【図4】本発明で用いる液晶素子の駆動法の波形図である。

【図5】図4（B）に示す時系列駆動波形で実際の駆動を行ったときの表示パターンの模式図である。

【図6】強誘電性を利用した液晶素子を有する液晶表示装置とグラフィックスコントローラを示すブロック構成図である。

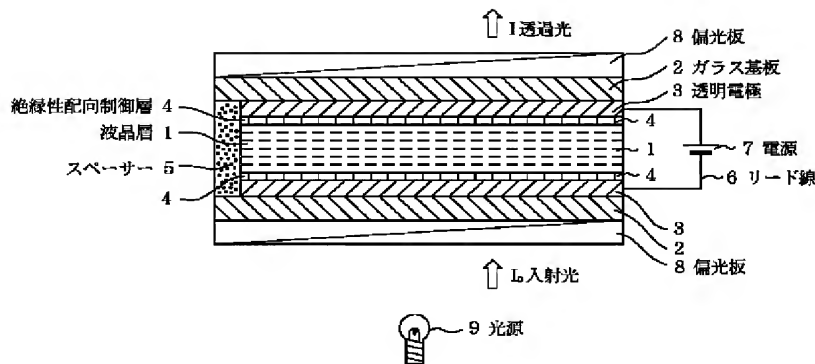
【図7】液晶表示装置とグラフィックスコントローラとの間の画像情報通信タイミングチャート図である。

【符号の説明】

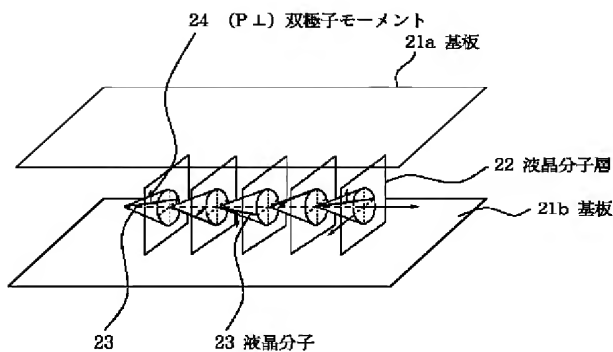
- 1 カイラルスメクチック相を有する液晶層
- 2 ガラス基板
- 3 透明電極

- | | |
|--------------------------|-------------------|
| 4 絶縁性配向制御層 | 34b 下向き双極子モーメント |
| 5 スペース | Ea 上向きの電界 |
| 6 リード線 | Eb 下向きの電界 |
| 7 電源 | 101 強誘電性液晶表示装置 |
| 8 偏光板 | 102 グラフィックスコントローラ |
| 9 光源 | 103 表示パネル |
| I_0 入射光 | 104 走査線駆動回路 |
| I 透過光 | 105 情報線駆動回路 |
| 21a 基板 | 106 デコーダ |
| 21b 基板 | 107 走査信号発生回路 |
| 22 カイラルスメクチック相を有する液晶層 | 108 シフトレジスタ |
| 23 液晶分子 | 109 ラインメモリ |
| 24 双極子モーメント (P \perp) | 110 情報信号発生回路 |
| 31a 電圧印加手段 | 111 駆動制御回路 |
| 31b 電圧印加手段 | 112 G C P U |
| 33a 第1の安定状態 | 113 ホスト C P U |
| 33b 第2の安定状態 | 114 V R A M |
| 34a 上向きの双極子モーメント | |

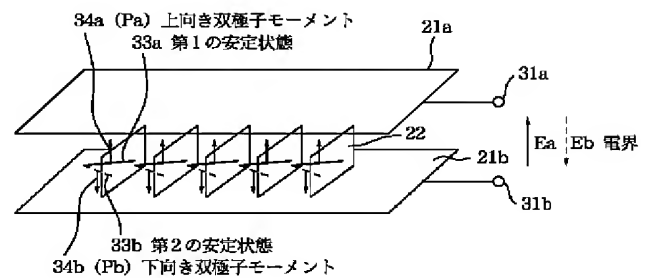
【図1】

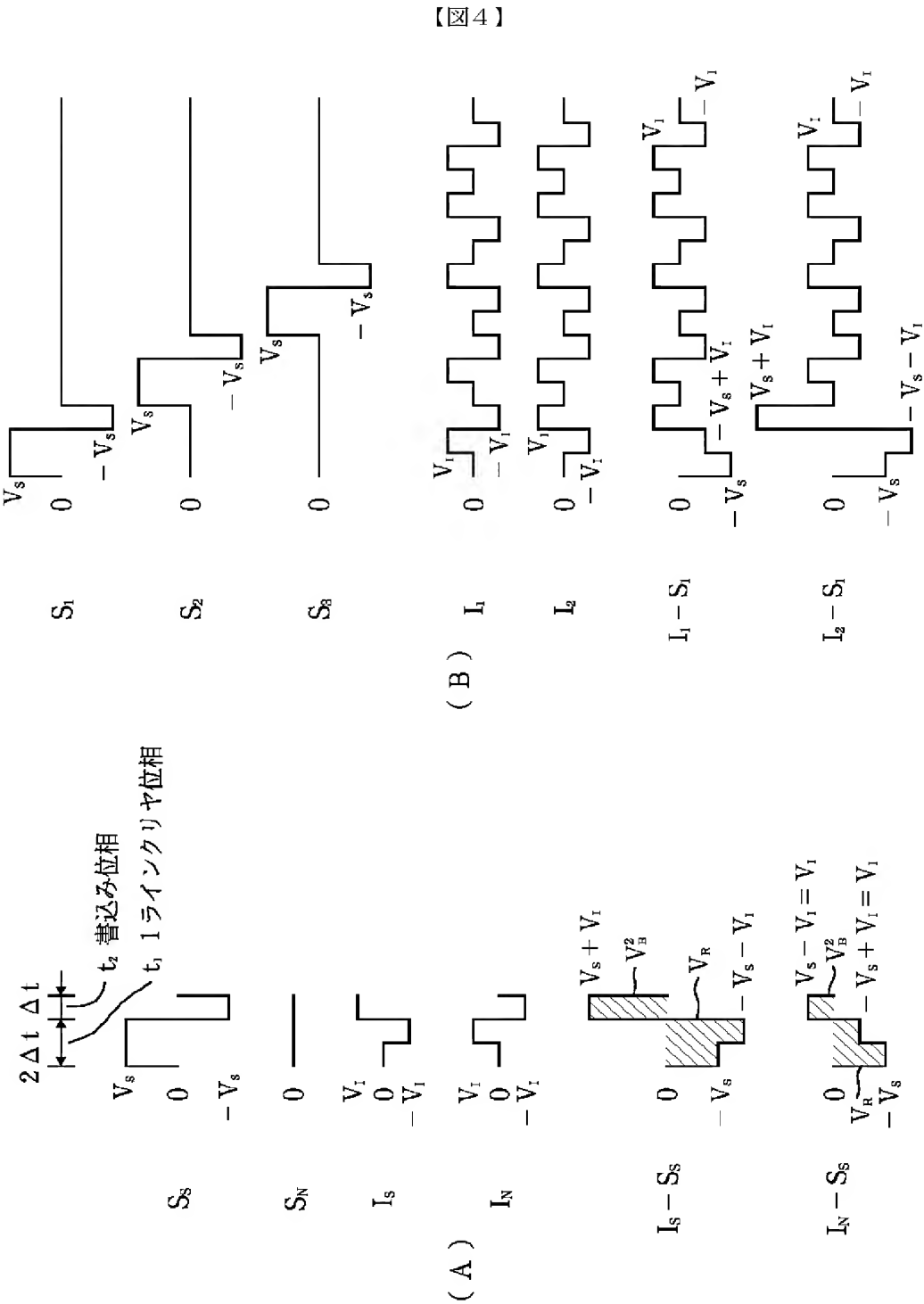


【図2】

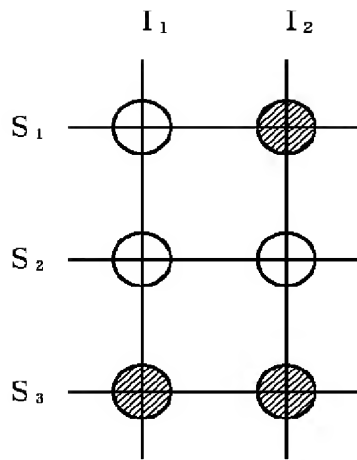


【図3】

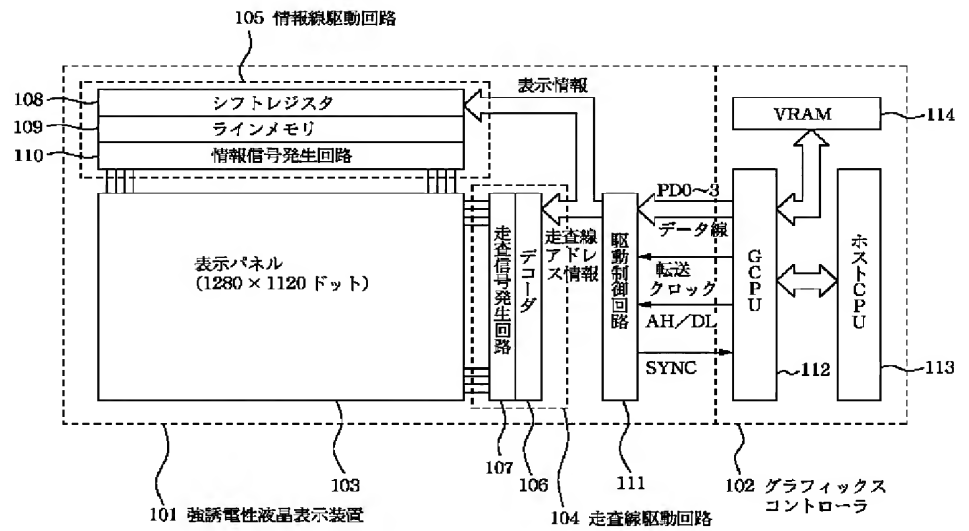




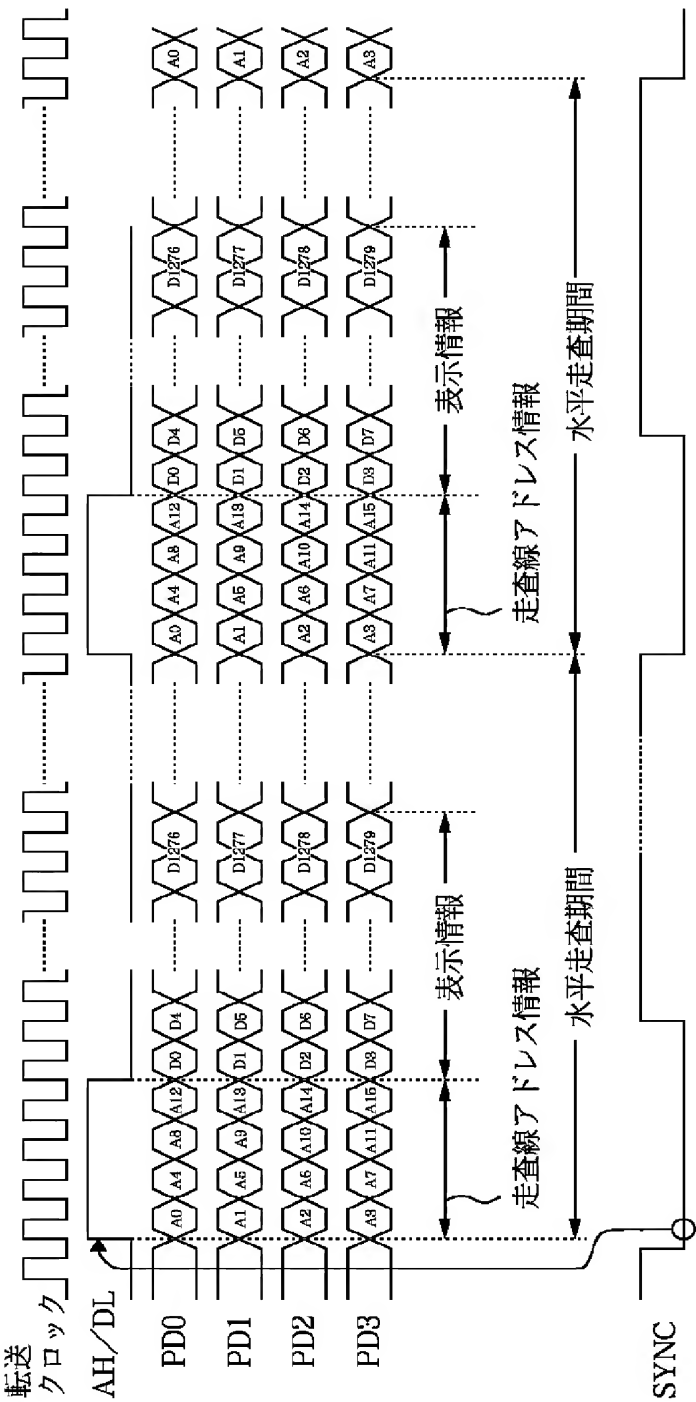
【図5】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶
C 0 7 D 413/10

識別記号
2 3 7
2 4 1

片内整理番号

F I

技術表示箇所

3 0 7
3 3 3
417/10 2 6 3
G O 2 F 1/13 5 0 0
1/141

(72)発明者 小坂 容子
東京都大田区下丸子 3 丁目 30 番 2 号 キヤ
ノン株式会社内

(72)発明者 中村 真一
東京都大田区下丸子 3 丁目 30 番 2 号 キヤ
ノン株式会社内